This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2000-327968

(43)Date of publication of application : 28.11.2000

(51)Int.CI.

CO9D 11/00 B41J 2/01

B41M 5/00

(21)Application number: 11-141417

(71)Applicant: DAINIPPON INK & CHEM INC

(22)Date of filing:

21.05.1999

(72)Inventor: DOI RITSUKO

TABAYASHI ISAO OSHIMA OSAMU **INOUE SADAHIRO NOGAWA KYOKO**

(54) COLORED MICROCAPSULE-DISPERSED AQUEOUS JET INK

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a pigment-dispersed aqueous jet ink excellent in dispersion stability, not causing the clogging of nozzles and excellent in stable ink jet discharging characteristics.

SOLUTION: This colored microcapsule-dispersed aqueous jet ink comprises water, a watersoluble organic solvent and a pigment coated with a film-forming resin having an acid value at least partially neutralized with a base. The acid value of the resin is ≥100 and <180, and the base is included in an amount of 30-100 mol% based on the resin. The jet ink also contains an anionic surfactant comprising an unsubstituted or alkyl group-(or alkoxy group)substituted naphthalenesulfonate and/or a fluorine-based surfactant.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 11 Coloring microcapsule distributed aquosity jet ink characterized by containing the anionic surfactant with which it consists of the pigment covered with water, a water-soluble organic solvent, and the film-forming resin by which at least a part has the acid number neutralized by the base, and the acid number of this film-forming resin consists of a naphthalene sulfonate permuted by un-permuting, the alkyl group, or the alkoxyl group less than [100 or more] by 180, including the amount of bases of a 30-100 mol % considerable amount. and/or the surfactant of a fluorine system.

[Claim 2] It consists of the pigment covered with water, a water-soluble organic solvent, and the coat plasticity resin by which at least a part has the acid number neutralized by the alcoholic amine. The acid number of this coat formation resin less than [100 or more] by 180 The alcoholic amine of a 40-60 mol % considerable amount is included. the anionic interface agent which consists of a naphthalene sulfonate permuted by un-permuting, the alkyl group, or the alkoxyl group -- and -- or the coloring microcapsule distributed aquosity jet ink characterized by containing the surface active agent of a fluorine system.

[Claim 3] Claim 1 to which an anionic

surfactant is characterized by being the naphthalene sulfonate which the carbon number permuted 1-2 times by the alkyl group or alkoxyl group of 2-6, and coloring microcapsule distributed aquosity jet ink according to claim 2.

[Claim 4] Claim 1 characterized by a fluorochemical surfactant being the compound which has the following general formulas (A) and/or (B), claim 2, and coloring microcapsule distributed aquosity jet ink according to claim 3.

Fluorochemical surfactant: General formula (A)

[Formula 1]

C (m) H (2m+1) [C (n) F (2m+1) SO2NCH2CH2O (CH2CH2O) rH

m=1·6, n=4·12, r= 1 · 20 fluorochemical surfactants: General formula (B) [Formula 2]

C (n) F (2n+1) C H 2 C H 2 (O C H 2 C H 3) n O H

m=3·20 and n=4·12 ·· [Claim 5] Claim 1 characterized by containing the 1·3 mol adduct of propylene oxide of the lower alcohol of carbon numbers 2·4 as a water-soluble organic solvent, claim 2, claim 3, and coloring microcapsule distributed aquosity jet ink according to claim 4.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]
[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to coloring microcapsule distributed aquosity jet ink.

[0002]

[Description of the Prior Art] The water pigment ink which was excellent in safety, lightfastness, and a water resisting property as ink for ink jet record is proposed variously in the past. For example, although the various proposals of the water color ink of a resin dissolution mold which distributed carbon black and an organic pigment, water soluble using resin binder-cum-a dispersant were made, fixable and a water resisting property after printing to distributed stability. nozzle blinding, or a record medium were problems.

[0003] To the water color ink of a resin dissolution mold, nozzle blinding has comparatively little pitch powder type water color ink, and it has the advantage of excelling in fixable and a water resisting property after printing to a record medium. Specifically by the ink constituent and JP,62-95366,A containing the urethane polymer latex containing a color, it mixes with the water solution which dissolves a polymer and fat dye and contains a surface active agent further in a water-insoluble nature organic solvent at JP,58-45272,A. A solvent is evaporated after making it

emulsify. The color by which endocyst was carried out into the polymer particle. The coloring matter which the included ink was proposed, and the manufacturing method of the coloring agent aqueous suspension by making boundary tension between the organic solvent at the time of capsulation and water into 10 dynes or less in JP,62-254833,A was proposed, and carried out macro capsulation similarly in JP,1-170672,A Although the recording ink to contain was proposed, the distributed stability of the coloring resin distribution object obtained by them was not necessarily enough.

[0004] As pitch powder type water color ink, JP,10-140065, A was not necessarily enough as the regurgitation stability in a piezo method or a thermal jet method, although the aquosity recording ink the containing anionic microencapsulation pigment which covers a pigment with the organic high molecular compounds containing an anionic radical, and changes and a water-soluble anionic surface active agent, and/or a 14 or more HLB (hydrophile-lipophile balance) ** nonionic surfactant is proposed and being excelled in pigment-content powder stability.

[0005] As the watercolor pigment ink of low surface tension which improved the regurgitation and **** of stable ink, Although there were JP,4·211478,A, JP,5·2304409,A, JP,6·200200,A, etc. in JP,57·90070,A as an ink constituent with

which the ink for jet printing which comes to add a perphloro alkyl sulfonate used the fluorochemical surfactant in addition to this in a water-soluble wetting agent, a coloring agent, and the ink for aquosity jet printing that uses water as a principal component, when a coloring agent was a pigment, pigment-content powder stability and fixable [over a record medium] were all problems.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The technical problem which this invention tends to solve is to offer the coloring microcapsule distributed aquosity jet ink which was excellent in distributed stability, does not have nozzle blinding and was excellent in the stable ink jet regurgitation property.

[0007]

lMeans for Solving the Problem In order that this invention person etc. may solve the above mentioned technical problem, as a result of repeating research wholeheartedly, water, It consists of the pigment covered with a water soluble organic solvent and the film-forming resin by which at least a part has the acid number neutralized by the base. The acid number of the specific range of this film-forming resin, It came to solve the technical problem described above by combining the surfactant which contains the amount of bases of a neutralization index of the fixed range, and has the

specific chemical structure. A penetrating agent, a desiccation inhibitor, etc. are contained in a water soluble organic solvent.

[0008] This invention consists of the pigment covered with water. water-soluble organic solvent, and the film-forming resin by which at least a part has the acid number neutralized by the base. The acid number of this film-forming resin namely, less than [100 or more] by 180 The amount of bases of a 30-100 mol % considerable amount Coloring microcapsule distributed jet ink aquosity characterized containing the anionic surfactant which consists of a naphthalene sulfonate bv an implication permuted un-permuting, the alkyl group, or the alkoxyl group, and/or the surfactant of a fluorine system.

[0009] The anionic surfactant which consists of a naphthalene sulfonate permuted by un permuting, alkyl group, or alkoxyl group in the water-color-ink constituent of this invention shows good humid effectiveness to the pigment and covering resin of a coloring microcapsule, and the carbon numbers of an alkyl group or an alkoxy group are 2-6, and it shows the effectiveness which was more excellent to the naphthalene frame at the time of the compound of one to 2 permutation.

[0010] Specifically, there are the following compounds. Of course, it is not limited to

this.

Compound Propyl-naphthalene 1 sulfonic-acid potassium compound 2 Butyl-naphthalene sulfonic-acid sodium compound Dibutyl-naphthalene sulfonic-acid sodium compound sulfonic-acid Hexyl·NARUTA range sodium [0011]Compound Propoxy naphthalene sulfonic-acid sodium compound 6 Butoxy-naphthalene sulfonic-acid potassium compound 7 Dibutoxy-naphthalene sulfonic-acid sodium compound Hexyloxy-naphthalene sulfonic-acid sodium [0012] Although good humid effectiveness is shown to the pigment and covering resin of a coloring microcapsule when it is the compound which has the following general formulas (A) and/or (B) more preferably, although the fluorochemical surfactant in the water-color-ink constituent of this invention has the usable thing of well-known common use. the regurgitation property of the ink stabilized by the case where it combines with the anionic surfactant which consists of a naphthalene sulfonate permuted by un-permuting, the alkyl group, or the alkoxyl group is shown. The regurgitation property \mathbf{of} the ink stabilized when combined with the anionic surfactant with which it consists of a naphthalene sulfonate permuted by un permuting, the alkyl group, or the alkoxyl group in any cases, such as mixing of the compounds (A) of a general formula (A), mixing of the compounds of a general formula (B), or mixing with the compound of a general formula (A) and the compound of a general formula (B), is shown.

[0013] Fluorochemical surfactant: General formula (A) [Formula 3]

m=1·6, n=4·12, and r=1·20 ·· there are specifically the following compounds.

[0014] Compound 9 [Formula 4]

[0015] Compound 10 [Formula 5]

C 3 H 7

|
C 6 F 17 S O 2 N C H 2 C H 2 O (C H 2 C H 2 O) 3 H

C 1 H 7 I C 1 F 1 7 S O 2 N C H 2 C H 2 O (C H 2 C H 2 O) 1 0 H

[0017] Fluorochemical surfactant:

General formula (B) [Formula 7]

C(n) F(2n+1) CH2CH2(OCH2CH2) a O kpresses with mg-KOH/g (a unit is

 $m=3\cdot20$ and $n=4\cdot12$ ·· there are specifically the following compounds [following].

[0018] Compound 12 [Formula 8]

CBF 17CH2CH2(OCH2CH2)6OH

[0019] Compound 13 [Formula 9]

CaF17CH2CH2(OCH2CH2)7OHtc. with the molecular weight of

[0020] The regurgitation stability of further excellent ink is acquired with the combination of the anionic surfactant and fluorochemical surfactant which consist of a naphthalene sulfonate permuted by above-mentioned un-permuting, alkyl group. \mathbf{or} alkoxvl group the water-color-ink constituent of this invention.

[0021] that the content in the inside of the ink \mathbf{of} the above mentioned surfactant is independent respectively, or the case where both are used together ·· 0.01 to 10 mass % · · 0.1 · 5 mass % is more preferably desirable. In this invention, the acid number of the film forming resin used for covering a pigment is less than [100 or more] 180. In addition, the number of milligrams (mg) of the potassium hydroxide (KOH)

which needs the acid number to neutralize 1g of resin is said, and it the kpresses with mg-KOH/g (a unit is outlined hereafter).

[0022] Although there is especially no limit, the molecular weight range of film forming resin is weight average molecular weight, and its 100,000 or less or more 10,000 molecular weight range is desirable. Since sufficient coat formation is not made in many cases and it becomes easy to produce nozzle blinding by condensation of microcapsule particles film-forming resin being less than 10,000, it is unsuitable. In order to fully cover a pigment especially with film forming resin, 100,000 or less [10,000 or more] have the desirable molecular weight of resin. Moreover, if molecular weight becomes 100,000 or more, a problem will arise in solubility etc.

[0023] The self-water-dispersion resin which the desirable film-forming resin of this invention is styrene resin or (meta) acrylic resin, for example, neutralized at least the copolymer of at least one monomer chosen from the group which consists of styrene, permutation styrene, and acrylic ester (meta), and acrylic acid (meta) in part by the base is mentioned. (Meta) An acrylic acid is the generic name of an acrylic acid and methacrylic acid, and in this invention, although it is good if either is indispensable, more suitable film-forming resin has the

structure originating in both an acrylic acid and methacrylic acid.

[0024] That is, the self-water-dispersion resin as desirable film-forming resin is self-water-dispersion resin with which at least one monomer chosen from the group which consists of styrene, permutation styrene, and acrylic ester (meta) was used as the principal component, it is the copolymer of an acrylic acid and acid. methacrylic and more copolymerization of the meta-acrylic than an acrylic acid was carried out and which was neutralized in part at least by the base.

[0025] The self-water-dispersion resin as still more desirable film-forming resin uses a styrene monomer as a principal component, and is the copolymer of an acrylic acid and methacrylic acid. The thing of the range whose rates of a monomer mass ratio of its styrene / acrylic acid / methacrylic acid are 69 - 85% / 5 · 15% / 10 · 16% is the most desirable.

[0026] What is necessary is just to add a base for enabling distribution of the resin which has the acid number neutralization to an aquosity medium. As a base, alcoholic amines, such triethanolamine besides alkalis, such as a hydroxide of alkali metal, such as a sodium hydroxide, a potassium hydroxide, and a lithium hydroxide, ammonia, triethylamine. and morpholine, a diethanolamine, and

N-methyldiethanolamine, are usable, for example.

[0027] However, when the resin of the high acid number is neutralized using a stronger base, since the solubility of the film forming resin in the inside of ink increases more, it is desirable to adjust the strength and the amount (neutralization index) of the base used. In ink jet record. especially triethanolamines are the alcoholic amine which is a weak base at the blinding of a nozzle, the distributed stability at the time of preservation, and the water resisting property of printed matter since there are very few bad influences, and the optimal base.

[0028] In this invention, about [30 mol %·100 mol % l has a desirable neutralization index to the acid radical of film-forming resin. The particle size when encapsulating a neutralization index, if it becomes less than [about / 30 mol %] becomes large, and distribution also becomes unstable. Although it atomizes when it becomes more than 100 mol %, resin dissolves, and the quality of ink itself deteriorates. A neutralization index is a 40 mol %-60 mol considerable amount still more desirably. The ink regurgitation stabilizing effect which especially the desirable thing excelled in the neutralization index [as opposed to / using an ant call amine, especially ethanolamine as a base / the acid radical of film-forming resin]

remarkably according to concomitant use of the anionic surfactant which will consist of a naphthalene sulfonate permuted by un-permuting, the alkyl group, or the alkoxyl group if it is made to become a 40.60 mol % considerable amount, and/or the surfactant of a fluorine system is obtained.

[0029] Although especially the pigment used for the coloring microcapsule distributed aquosity jet ink of this invention is not limited and each thing of well-known common use can use it, organic pigments, such as azo pigments, such as inorganic pigments, such as carbon black, black titanium oxide, a titanium white, zinc sulfide, and red ocher, and a phthalocyanine pigment, **JISUAZO** monoazo. a system, a phthalocyanine pigment. and a quinacridone pigment, etc. are used, for example. When obtaining a color picture, as ink, it is desirable to use a chromatic color pigment.

[0030] Although the amount of this pigment used is prepared so that it may usually become 0.5 · 20 mass % in the ink finally obtained, although it will not be specified especially if the effectiveness in this invention is attained, it is desirable. Moreover, the water-soluble organic solvent known as a desiccation inhibitor or a penetrating agent if needed can be used for ink.

[0031] A desiccation inhibitor is the property of giving the effectiveness of

preventing desiccation of the ink in injection nozzle opening of an ink jet, and what has the boiling point more than the boiling point of the indifferent water is used. Although each thing of the well-known common use known conventionally can use it as water-soluble organic solvent, there is polyhydric alcohol, such as ethylene glycol, propylene glycol, a diethylene glycol, dipropylene glycol, a polyethylene glycol, a polypropylene glycol, and a glycerol, for example.

[0032] Even if coat formation resin is carrying out the little dissolution of it into ink, especially a glycerol will be more desirable by being connected by strong hydrogen bond also to it at the point of preventing desiccation by the nozzle end face, at the same time it is connected by hydrogen bond strong against the coat formation resin of a microcapsule particle front face and raises the distributed stability of a microcapsule particle more.

[0033] The range of 1 - 80 mass % is suitable for the addition of a ****** agent to ink.

[0034] A penetrating agent adjusts the diameter of a dot on **** of the ink to a record medium, or a record medium. As a penetrating agent, there is a propylene oxide addition product of alkyl alcohol, such as an ethylene oxide addition product of alkyl alcohol, such as lower alcohol, such as ethanol and isopropyl alcohol, the ethylene glycol hexyl ether,

and diethylene glycol butyl ether, and the propylene glycol propyl ether, etc., for example.

[0035] Further excellent a wettability and the regurgitation stability of ink are acquired with the combination of the anionic surfactant and fluorochemical surfactant with which especially the 1·3 mol addition product of propylene oxide of the lower alcohol of carbon numbers 2·4 consists of a naphthalene sulfonate permuted by un-permuting, an above-mentioned alkyl group, or an above-mentioned alkoxyl group.

[0036] Specifically, there are the following compounds.

Compound 14 One mol adduct of propylene oxide of propanol [Formula 10]

[0037] Compound 15 Two mol adduct of propylene oxide of a butanol [Formula 11]

C₄H₉(OCH₂CH)₂OH | | | CH₃

[0038] The range of $0.1 \cdot 10$ mass % is suitable for the addition of a penetrating

agent to ink.

[0039] The concrete method of obtaining the coloring microcapsule distributed aquosity jet ink of this invention has the following desirable approaches, when covering a pigment using the coat formation resin which has the acid number. According to this approach, even if the resin distributed in the aquosity medium and the component originating in a pigment contain the free pigment particle which is not covered with film forming resin by consisting only of a coloring microcapsule, the particle of only the film forming resin which does not contain a pigment, and dissolved film-forming resin, excluding neither at all, it is possible to obtain very very little ink easily. Moreover, the regurgitation stability of further excellent ink is acquired with combination with the anionic surfactant which consists of a naphthalene sulfonate permuted by the fluorochemical surfactant, above-mentioned un-permuting, group, or alkoxyl group in the water-color-ink constituent of this invention. furthermore if water-soluble organic solvent is added as a wetting agent -- much more -- the regurgitation stability of ink -- measure. [0040] The method of obtaining the coloring microcapsule distributed aquosity JIETO ink of this invention is acquired by performing for example, following (1) · (5) in this order.

(1) Kneading process: distribute a pigment to the film-forming resin which has the acid number, and obtain a solid coloring compound to it.

[0041] Using kneading equipments known conventionally, such as a roll, a kneader, and a bead mill, this process is in a solution or the condition by which heating melting was carried out, can make the resin concerned able to dissolve or distribute a pigment to homogeneity, and can be performed by finally taking out as a solid-state kneading object (solid coloring compound).

[0042] It is desirable a distributed means by which the condition that high shearing force is relatively applied among the distributed approaches conventionally learned as a means to distribute a pigment is especially formed when the differential powder of the pigment to the resin concerned is required, and to specifically distribute under high shearing force using 2 rolls.

[0043] (2) Suspension process: mix at least water, the organic solvent which dissolves film forming resin, a base, and said solid coloring compound, and obtain the pigment suspension which some of resin concerned is dissolving at least by distribution.

[0044] The organic solvent which dissolves film-forming resin is what functions as a good solvent to the resin concerned. As an organic solvent As opposed to the resin concerned It can

choose suitably. For example, aromatic series system solvents. such chlorine-based solvents, such as alcohols solvents, such as ketones, such as an acetone, dimethyl ketone, and a methyl ethyl ketone, a methanol, ethanol, and isopropyl alcohol, chloroform, and a methylene chloride, benzene, and toluene, It is usable if the resin concerned, such as glycol ether system solvents, such as ester solvents, such as ethyl-acetate ester, ethylene glycol monomethyl ether, and ethylene glycol wood ether, is dissolved.

[0045] the water on which a subject functions as a poor solvent to film-forming resin in the dispersion medium used for this process — it is — ink jet record — service water — in order to use as sex ink, it is desirable to have the purity more than ion exchange water.

[0046] At this process, it is desirable that the mixed liquor of water and an organic solvent is uniform, and when not uniform, it is desirable to make an O/W mold emulsify mechanically, using a surfactant, or to use cosolvent together, to make it equalize, and to use if needed. Even if it uses a surfactant, stopping to the minimum is desirable.

[0047] Although you may make it only it used for them, the organic solvents which dissolve the resin concerned used if needed [of forming a dispersion medium] are only it, water, and a base, and when difficult to get, they use a hydrophilic organic solvent together for the pigment

suspension excellent in distributed stability in part as cosolvent to the resin concerned to it, and you may make it give better emulsion stability. In addition, each the organic solvent and cosolvent which dissolve the resin concerned may use together one sort or two sorts or more. [0048] In the case of the copolymer of at least one monomer chosen from the group which film-forming resin becomes from styrene, permutation styrene, and acrylic ester (meta), and acrylic acid (meta), at least one or more kinds of combination chosen from alcohols solvents, such as isopropyl alcohol, mainly as cosolvent in ketones, such as a methyl ethyl ketone, is good.

[0049] Although the ratio of this water and organic solvent will not be specified especially if the effectiveness in this invention is attained, its amount from which the weight ratio of water/organic solvent is set to 10/1 - 1/1 is desirable. As for the film-forming resin which has the acid number which exists in the front face of a solid coloring compound according to this process, at least a part or all of that acid number is gradually neutralized by the base, and mixture will be in a suspension condition from the solid-state configuration of the compound concerned. [0050] As the churning approach for obtaining suspension, each technique of well-known common use can adopt, for example, it can usually suspend easily besides the impeller of the propeller mold of one conventional shaft using the impeller and churning container of a configuration according to the purpose. [0051] In obtaining suspension, by mere mixed churning which big shearing force does not commit, when not atomizing, or when it is comparatively easy to condense a pigment, in addition to it, high shearing force may be given further, and a particle may be stabilized. As for re-condensation of a pigment, it is desirable to use the bead loess distribution equipment known for a high-pressure homogenizer, a trade name Micro fluidizer, or a nano mizer, for example as a disperser in this case few. [0052] (3) Reprecipitation process: make a pigment front face carry out the deposition of the film-forming resinous principle which is dissolving into pigment suspension, and obtain a microcapsule. [0053] This process is a process to which the pigment front face in the pigment suspension obtained at said suspension process is made to carry out the deposition of the dissolution resinous principle and distributed resinous principle which exist in the suspension "Reprecipitation" concerned. of process does not mean carrying out separation sedimentation of the particle in the half-capsule condition that a the pigment \mathbf{or} dissolution concerned, and distributed resin stuck to the pigment front face, from the solvent object of suspension. Therefore, what is

obtained at this process is coloring resin

particle (coloring microcapsule) aquosity dispersion liquid which not the mere mixture in which the formed element and the liquid component carried out clear separation but the microcapsule which the dissolution resin concerned and distributed resin covered on the pigment front face distributed stably on the solvent object of suspension.

[0054] To the microcapsule front face in the suspension of pigment this suspension process, the deposition of resin can add the water or the aquosity medium by which for example, ** at least and the film forming part, resin concerned function on the pigment suspension currently dissolved and/or distributed as a poor solvent to the resin concerned, and can perform it, or can be easily performed by carrying out by removing an organic solvent from ** pigment suspension to it.

[0055] However, there are also few aggregates and the method of adding further the water or the aquosity medium which functions on pigment suspension as a poor solvent to the resin concerned, and performing it is desirable. By dropping water or an aquosity medium, agitating suspension loosely, it becomes possible to make a pigment front face carry out the deposition (reprecipitation) of the resin certainly of reprecipitation, preventing generating of an aggregate. [0056] Thus, although the coloring resin particle of desired particle diameter is

obtained according to the above-mentioned (1) kneading process (2) suspension process (3) reprecipitation process, that mean-particle-diameter range is usually 0.01-1 micrometer.

[0057] (4) Desolventization process: although the coloring resin particle water dispersion obtained at the removal of the low-boiling point organic solvent from microcapsule dispersion liquid and/or the concentration reprecipitation process which were acquired the at reprecipitation process can also be used as it is, since many coloring resin particles are in a swelling condition under the effect of the organic solvent which lives together, in order to raise preservation stability more, or in order to raise the safety to a fire or a public nuisance more, it is desirable to perform desolventization further.

[0058] In this wav. the obtained dispersion liquid usually become substantial only from the coloring microcapsule by which the pigment was covered by film forming resin, and a dispersion medium. Content of the coloring microcapsule in dispersion liquid is usually made into ten to 40 mass % to the sum total of it and a dispersion medium.

[0059] (5) even when the coloring resin particle water dispersion of the submicron order hardly included, excluding solvent objects other than water at all obtained according to the ink process aforementioned process remains as it is "fundamental" ink jet record "service water "although it can use as sex ink, it is still more desirable to adjust ink in consideration of distributed stability and an injection property. Moreover, in order to avoid the nozzle blinding by the big and rough particle etc., centrifugal separation and filter filtration remove a big and rough particle after the desolventization process of (4), or it usually filters with the filter of a desired particle size after ink adjustment at the ink process of (5).

[0060] Adjustment of ink can add pH regulator besides addition of said desiccation inhibitor and penetrating agent, and concentration adjustment and viscosity control, surfactants other than this invention, antiseptics, a chelating agent, a plasticizer, an antioxidant, an ultraviolet ray absorbent, etc. if needed, for example.

[0061] Moreover, in the case of things other than impermeability [like glass a metal, and a film] whose recorded media are (permeability recorded media), other water soluble resin and water-dispersion resin which are different from film-forming resin in extent which does not affect injection stability can also be added.

[0062] The water-soluble organic solvent containing the above, a desiccation inhibitor, a penetrating agent of this invention, etc., a surfactant, and other additives should just choose the addition stage in the inside of the process which shows the highest effectiveness among each above-mentioned process. The coloring microcapsule distributed aquosity jet ink of this invention makes possible the ink regurgitation extremely stabilized in the printer of the ink jet recording method of well-known common use of for example, a piezo method, a thermal method, a method on demand,

[0063]

[Embodiment of the Invention] This invention includes the following operation gestalt.

[0064] 1. Coloring microcapsule distributed aquosity jet ink characterized by containing anionic surfactant with which it consists of pigment covered with water, water soluble organic solvent, and film forming resin by which at least part has the acid number neutralized by base, and the acid number of this film-forming resin consists of naphthalene sulfonate permuted by un-permuting, alkyl group, or alkoxyl group less than [100 or more] by 180, including amount of bases of 30.100 mol % considerable amount, and/or surfactant of fluorine system.

[0065] It Consists of Pigment Covered with Water, Water-soluble Organic Solvent, and Coat Plasticity Resin by which at Least Part Has Acid Number Neutralized by Alcoholic Amine. Acid Number of this Coat Formation Resin 2.

Less Than [100 or More] by 180 The alcoholic amine of a 40-60 mol % considerable amount is included. Coloring distributed microcapsule ink aguosity jet characterized containing the anionic interface agent which consists of a naphthalene sulfonate permuted by un-permuting, the alkyl group, or the alkoxyl group, and/or the surface active agent of a fluorine system. [0066] 3. 1 to which anionic surfactant is characterized by being naphthalene sulfonate which carbon number permuted 1.2 times by alkyl group or alkoxyl group of 2-6, and coloring microcapsule distributed aquosity jet ink given in two.

[0067] 4. 1.2 characterized by fluorochemical surfactant being compound which has the following general formulas (A) and/or (B), and coloring microcapsule distributed aquosity jet ink of three publications.

[0068] Fluorochemical surfactant: General formula (A)

[Formula 12]

C_nH_{2n+1} cosolvent to said water and methyl ethyl
C_nF_{2n+1}SO₂NCH₂CH₂O (CH₂CH₂O), H ketone. As the alcoholic amine of the

m=1-6, n=4-12, r=1-20 [0069] Fluorochemical surfactant: General formula (B) [Formula 13]

C.F.z.+1CH2CH2 (OCH2CH2) -OH

1, 2 and 3 which are characterized by containing the 1-3 mol adduct of propylene oxide of the lower alcohol of carbon numbers 2-4 as m=3-20, and n=4 · 125. water solubility organic solvent, and coloring microcapsule distributed aquosity jet ink given in four.

[0070] It is as follows, when the case where the gestalt of suitable operation of this invention is applied to the ink for ink jet record is made into an example and it explains.

[0071] (1) To the film-forming styrene-(meta) acrylic-acid copolymer resin of weight average molecular weight 10,000-100,000 which has the less than 180 or more 100 acid number based on a carboxyl group, use 2 rolls, distribute a pigment, and obtain a solid coloring compound.

[0072] A methyl ethyl ketone to the organic solvent of a low-boiling point which dissolves water and said resin (2) Mainly Isopropyl alcohol is used together as a water-soluble organic solvent of a low-boiling point which functions as cosolvent to said water and methyl ethyl ketone. As the alcoholic amine of the amount which is sufficient for making self-water-dispersion said film-forming resin which serves as a neutralization index of a 100 mol % considerable amount from 30 of the acid radical of said film-forming resin as a base, and a desiccation inhibitor The solution which contains a glycerol respectively and

which uses water as the main solvent object is prepared, the chip of the solid coloring compound of the above (1) is mixed to it, and pigment suspension is obtained by churning to it. More suitably, it atomizes further so that high shearing force can be given and there may be no re-condensation about suspension using the nano mizer (trademark) which is the disperser from which more sufficient suspension condition is acquired.

[0073] (3) Agitating pigment suspension, the water solution containing the glycerol which is a desiccation inhibitor is dropped, and obtain the aquosity dispersion liquid which the component originating in a pigment and film-forming resin becomes only from a with an or more 0.01 mean particle diameter [less than 1 micrometer] coloring resin particle (coloring microcapsule) substantially.

[0074] (4) From the obtained coloring resin particle aquosity dispersion liquid, distill off a methyl ethyl ketone and isopropyl alcohol and consider as the ink base.

[0075] (5) Add the anionic surfactant which consists of a naphthalene sulfonate permuted by the ink base by un-permuting, alkyl group, or alkoxyl group of this invention, and/or the surfactant of a fluorine system, and condense by performing heating and reduced pressure. the amount of the surfactant used -- the inside of ink -- 0.01

to 10 mass % ·· it is the range of 0.1 · 5 mass % desirably.

[0076] (6) Stir the obtained concentration base with water, a water soluble organic solvent, and other drugs, and adjust concentration and physical properties. furthermore, filtration - carrying out ink jet record - service water - it considers as sex ink. ***** which uses the 1-3 mol adduct of propylene oxide of the lower alcohol of carbon numbers 2-4 a penetrating agent and water-soluble organic solvent in which a desiccation inhibitor etc. is contained as one of the penetrating agents is desirable, and the amount to be used has the desirable range of 0.1 - 10 mass % in ink. As a desiccation inhibitor, a glycerol etc. is desirable and, finally the addition has the desirable range of 1 · 80 mass % to ink.

[0077]

[Example] Next, an example and the example of a comparison are given and this invention is explained still more concretely. In addition, the "section" in the following examples expresses the "mass section."

[0078] (Example 1) The 2 roll kneading object of quinacridone pigment 4.3 section and the styrene acrylic acid methacrylic acid resin (styrene / acrylic-acid / methacrylic acid =77/10/13; molecular weight 50,000 and acid number 160) 4.3 section 8.6 section It put into the mixed solution of the water 29.5 section, the

glycerol 2.6 section, the triethanolamine 0.9 (48 section mol neutralization index considerable amount of the acid number of resin), the methyl-ethyl-ketone 9.6 section, and the isopropyl alcohol 4.3 section, and agitated at the room temperature for 3 hours, distributed processing was further performed by pressure 98MPa using the disperser nano mizer (nano mizer company make), and pigment suspension was obtained.

[0079] In the suspension 55.5 obtained section, agitating, the mixed liquor of the glycerol 3.6 section and the water 40.9 section was dropped at the rate of 5ml/m, and the Magenta color coloring resin particle water dispersion was obtained. Some of methyl ethyl ketones, isopropyl alcohol, and water were distilled off for the obtained capsule liquid using the rotary evaporator, and the last Magenta color coloring resin particle water dispersion (pigment concentration 13 mass %) was obtained.

[0080] this water distribution object 32 section -- alkylnaphthalenesulfonate: -concentration was performed [the 3 1 compound for the surface-active-agent:compound 9 of the 0.2 sections and a fluorine system by 0.2 ***** and 70 degree C30hPa, and the concentration base (pigment concentration 15 mass %) 27 section was obtained.

[0081] use 0.5-micrometer filter for it

after agitating [the glycerol 20 section and the alkylnaphthalenesulfonate:compound 3] the five sections and water for the propylene oxide adduct:compound 14 of the 1.5 sections and propanol in the concentration base 27 obtained section 46.5 ******* a fault -- carrying out -- ink jet record -- service water -- it considered as sex ink.

[0082] The microcapsule in the obtained water color ink has the mean particle diameter of 0.15 micrometers, and the pH existed 8.0.

[0083] This ink has neither after the storage for one year, nor an aggregate at a room temperature, showed stable distribution, and did not have nozzle blinding, either. Printing using a thermal method ink jet printer (nova jet pro) was stable, the obtained printed matter did not have a blot, either, the vivid Magenta color was shown and the printing concentration after the recording paper immediately after printing is moreover immersed in purified water for 24 hours was completely changeless with the concentration immediately after printing. [0084] (Example 2) instead of [of the compound 9 of an example 1] - the mixture of compounds 12 and 13 " using · ink jet record · service water · sex ink was manufactured.

[0085] The microcapsule in the obtained water color ink has the mean particle diameter of 0.15 micrometers, and the pH

existed 8.0.

[0086] This ink had neither after the storage for one year, nor an aggregate at the room temperature, showed stable distribution and did not have nozzle blinding, either. Printing using a thermal type ink jet printer (nova jet pro) is stable, the obtained printed matter does not have a blot, either, the vivid Magenta color was shown, and the printing concentration after the recording paper immediately after printing is moreover immersed in purified water for 24 hours was completely changeless with the concentration immediately after printing. [0087] (example 1 of a comparison) add the glycerol 20 section and the ethanol 5 section to the last Magenta color coloring resin particle water dispersion (pigment concentration 13 mass %) of an example 1, and use 0.5 · micrometer filter after adjust and agitate with water so that pigment conversion of the coloring microcapsule in ink may become the same as an example 1 · a fault · carry out -- ink jet record -- service water -- it considered as sex ink.

[0088] The microcapsule in the obtained water color ink had the mean particle diameter of 0.15 micrometers, and the pH was 8.4. This ink produced the aggregate slightly after the storage for one year at the room temperature, and printing using a lifting or the thermal type ink jet printer (nova jet pro) which becomes empty of nozzle blinding was unstable,

and produced the blur for a short time. [0089] Compared with the example of a comparison, distributed stability was good, and the example 1 and the example 2 did not have nozzle blinding, and were very good. [of the regurgitation stability of ink] Printing was also made vividly.

[0000]

[Effect of the Invention] This invention is microcapsule distributed aquosity jet ink containing the anionic surface active agent with which it consists of the covered with pigment water. water-soluble organic solvent, and the film-forming resin by which at least a part has the acid number neutralized by the base, and the acid number of this coat plasticity resin consists of a naphthalene sulfonate permuted by un-permuting, the alkyl group, or the alkoxyl group less than [100 or more] by 180, including the amount of bases of a 30-100 mol % considerable amount, and/or the surface active agent of a fluorine system. The ink of this invention is excellent distributed stability, and does not have nozzle blinding, either, and does so the exceptional remarkable technical effectiveness of excelling the in regurgitation stability of ink.

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-327968 (P2000-327968A)

(43)公開日 平成12年11月28日(2000,11,28)

(51) Int.Cl.7		識別記号	F I		ร	-7]-1*(参考)
C09D	11/00		C09D	11/00	•	2 C 0 5 6
B41J	2/01		B41M	5/00	E	2H086
B41M	5/00		B41J	3/04	101Y	4 J 0 3 9

審査請求 未請求 請求項の数5 OL (全 9 頁)

平11-141417	(71)出顧人	000002886		
		大日本インキ化学工業株式会社		
11年5月21日(1999.5.21)		東京都板橋区坂下3丁目35番58号		
	(72)発明者	土井 律子		
		埼玉県上尾市上尾村1089-307		
	(72)発明者	田林 勲		
		埼玉県久喜市本町 6 - 2 - 15		
	(72)発明者	尾島 治		
		埼玉県北足立郡伊奈町寿3-78-301		
	(72)発明者	井上 定広		
		埼玉県戸田市美女木8-16-15-101		
	(74)代理人	100088764		
		弁理士 高橋 勝利		
		最終頁に続く		
		(72)発明者 (72)発明者 (72)発明者 (72)発明者 (72)発明者 (72)発明者		

(54) 【発明の名称】 着色マイクロカプセル分散型水性ジェットインク

(57)【要約】

【課題】 分散安定性に優れ、ノズル目詰まりが無く、 かつ安定したインクジェット吐出特性に優れた水性顔料 ジェットインクを得る。

【解決手段】 水、水溶性有機溶剤、少なくとも一部が塩基で中和された酸価を有する皮膜形成性樹脂で被覆された顔料から成り、酸樹脂の酸価が100以上180未満で、その30~100モル%相当量の塩基量を含み、かつ未置換またはアルキル基またはアルコキシル基で置換されたナフタレンスルホン酸塩からなるアニオン性界面活性剤及び/又はフッ素系の界面活性剤を含有する着色マイクロカプセル分散型水性ジェットインク。

【特許請求の範囲】

【請求項1】水、水溶性有機溶剤、及び、少なくとも一部が塩基で中和された酸価を有する皮膜形成性樹脂で被覆された顔料とから成り、該皮膜形成性樹脂の酸価が100以上180未満で、30~100モル%相当量の塩基量を含み、かつ未置換またはアルキル基またはアルコキシル基で置換されたナフタレンスルホン酸塩からなるアニオン性界面活性剤及び/又はフッ素系の界面活性剤を含有することを特徴とする着色マイクロカプセル分散型水性ジェットインク。

【請求項2】水、水溶性有機溶剤、及び、少なくとも一部がアルコールアミンで中和された酸価を有する被膜形成性樹脂で被覆された顔料とから成り、該皮膜形成樹脂の酸価が100以上180未満で、40~60モル%相当量のアルコールアミンを含み、未置換またはアルキル基またはアルコキシル基で置換されたナフタレンスルホン酸塩からなるアニオン性界面剤及び又はフッ素系の界面活性剤を含有することを特徴とする着色マイクロカプ*

 $m=3\sim 20$, $n=4\sim 12$

【請求項5】 水溶性有機溶剤として、炭素数2~4の低級アルコールのプロピレンオキシド1~3モル付加体を含有することを特徴とする請求項1、請求項2、請求項3、及び請求項4記載の着色マイクロカプセル分散型水性ジェットインク。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、着色マイクロカプ セル分散型水性ジェットインクに関する。

[0002]

【従来の技術】インクジェット記録用インクとして安全性、耐光性、耐水性に優れた水性の顔料インクが過去に様々に提案されている。例えばバインダー兼分散剤として水溶性樹脂を用いてカーボンブラックや有機顔料を分散させた樹脂溶解型の水性インクが各種提案されているが、分散安定性やノズル目詰まりや記録媒体に印刷した後の定着性・耐水性が問題であった。

【0003】樹脂溶解型の水性インクに対して樹脂分散型の水性インクは、ノズル目詰まりは比較的少なく、また記録媒体に印刷した後の定着性・耐水性に優れるという利点がある。具体的には、特開昭58-45272号公報では染料を含有したウレタンポリマーラテックスを含むインク組成物、特開昭62-95366号公報では水不溶性有機溶媒中にポリマーと油性染料を溶解し、さらに表面活性剤を含む水溶液と混合して乳化させた後に溶媒を蒸発してポリマー粒子中に内包された染料を含むインクが提案され、特開昭62-254833号公報ではカプセル化時の有機溶媒と水との間の界面張力を10ダイン以下にすることによる着色料水性懸濁液の製造法が提案され、特開平1-170672号公報では同様に50

*セル分散型水性ジェットインク。

【請求項3】 アニオン性界面活性剤が炭素数が2~6のアルキル基またはアルコキシル基により1~2置換したナフタレンスルホン酸塩であることを特徴とする請求項1及び請求項2記載の着色マイクロカプセル分散型水性ジェットインク。

【請求項4】 フッ素系界面活性剤が以下の一般式

(A) 及び/又は(B) を有する化合物であることを特 徴とする請求項1、請求項2、及び請求項3記載の着色 10 マイクロカプセル分散型水性ジェットインク。

フッ素系界面活性剤:一般式 (A)

【化1】

C (m/ H (2m+1)

C (+) F (2++1) SO2NCH2CH2O (CH2CH2O),H

m=1~6, n=4~12、r=1~20 フッ素系界面活性剤:一般式(B)

20 マクロカプセル化した色素を含有する記録液等が提案されているが、それらで得られた着色樹脂分散物の分散安定性は必ずしも十分ではなかった。

【0004】樹脂分散型の水性インクとして、特開平10-140065号公報では顔料をアニオン性基を含有する有機高分子化合物類で被覆して成るアニオン性マイクロカプセル化顔料および水溶性のアニオン性界面活性剤及び/又はHLB(親水親油バランス)価14以上の非イオン性界面活性剤を含有する水性記録液が提案されていて、顔料分散安定性に優れているがピエゾ方式やサーマルジェット方式での吐出安定性は必ずしも十分ではなかった。

【0005】安定したインクの吐出や濡れを改良した低表面張力の水性顔料インクとしては、特開昭57-90070号公報では水溶性湿潤剤、着色剤、および水を主成分とする水性ジェット印刷用インクにおいて、パーフロロアルキルスルホン酸塩を添加してなるジェット印刷用インクが、その他フッ素系界面活性剤を使用したインク組成物としては特開平4-211478号公報や特開平5-2304409号公報、特開平6-200200号公報等があるが、着色剤が顔料の場合は、いずれも顔料分散安定性や記録媒体に対する定着性が問題であった。

[0006]

30

【発明が解決しようとする課題】本発明が解決しようとする課題は、分散安定性に優れ、ノズル目詰まりが無く、かつ安定したインクジェット吐出特性に優れた着色マイクロカプセル分散型水性ジェットインクを提供することにある。

[0007]

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上記の課

有機溶剤、及び、少なくとも一部が塩基で中和された酸 価を有する皮膜形成性樹脂で被覆された顔料とから成 り、該皮膜形成性樹脂の特定範囲の酸価と、その一定範 囲の中和率相当の塩基量を含み、かつ特定の化学構造を 有する界面活性剤を組み合わせることにより上記した課 題を解決するに至った。水溶性有機溶剤の中には、浸透 剤や乾燥防止剤などが含まれる。

題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、水、水溶性

【0008】即ち、本発明は、水、水溶性有機溶剤、及 び、少なくとも一部が塩基で中和された酸価を有する皮 10 膜形成性樹脂で被覆された顔料とから成り、該皮膜形成 性樹脂の酸価が100以上180未満で、30~100 モル%相当量の塩基量を含み、かつ未置換またはアルキ ル基またはアルコキシル基で置換されたナフタレンスル ホン酸塩からなるアニオン性界面活性剤及び/又はフッ 素系の界面活性剤を含有することを特徴とする着色マイ クロカプセル分散型水性ジェットインク。

【0009】本発明の水性インク組成物中の未置換また はアルキル基またはアルコキシル基で置換されたナフタ レンスルホン酸塩からなるアニオン性界面活性剤は、着 色マイクロカプセルの顔料及び被覆樹脂に対して良好な 湿潤効果を示し、アルキル基またはアルコキシ基の炭素 数が2~6で、ナフタレン骨格に対して1~2置換の化 合物の時に、より優れた効果を示す。

【0010】具体的には以下の化合物がある。勿論これ に限定されるものではない。

化合物1 プロピルーナフタレンスルホン酸カリウム

プチルーナフタレンスルホン酸ナトリウム *

化合物 4 ヘキシルーナルタレンジスルホン酸ナトリウ 【0011】化合物 5 プロポキシーナフタレンスルホ

*化合物3 ジブチルーナフタレンスルホン酸ナトリウム

ン酸ナトリウム

化合物6 ブトキシーナフタレンスルホン酸カリウム 化合物 7 ジブトキシーナフタレンスルホン酸ナトリウ

化合物8 ヘキシルオキシーナフタレンスルホン酸ナト リウム

【0012】本発明の水性インク組成物中のフッ素系界 面活性剤は公知慣用のものが使用可能であるが、より好 ましくは、以下の一般式(A)及び/又は(B)を有す る化合物である場合、着色マイクロカプセルの顔料及び 被覆樹脂に対して良好な湿潤効果を示すが、未置換また はアルキル基またはアルコキシル基で置換されたナフタ レンスルホン酸塩からなるアニオン性界面活性剤と組み 合わせた場合により安定したインクの吐出特性を示す。 一般式(A)の化合物(A)同士の混合あるいは一般式 (B) の化合物同士の混合、あるいは、一般式 (A) の 化合物と一般式(B)の化合物との混合など、いずれの 場合も未置換またはアルキル基またはアルコキシル基で 置換されたナフタレンスルホン酸塩からなるアニオン性 界面活性剤と組み合わせると安定したインクの吐出特性 を示す。

【0013】フッ素系界面活性剤:一般式(A) 【化3】

C (m) H (2m+1) C (n) F(2n+1) S O2NC H2C H2O (C H2C H2O), H

 $m=1\sim6$, $n=4\sim12$, $r=1\sim20$

※【0014】化合物9

具体的には以下の化合物がある。

× 【化4】 CH₃

C a F 1 a S O 2 N C H 2 C H 2 O (C H 2 C H 2 O) 2 H

【0015】化合物10

★ ★【化5】 C₃H₇

C₈F₁₇SO₂NCH₂CH₂O(CH₂CH₂O)₃H

【0016】化合物11

【化6】

C sH7

C.F. 17 SO2NCH2CH2O (CH2CH2O) 10H

【0017】フッ素系界面活性剤:一般式(B)

【化7】

C (n) F (2n+1) C H 2 C H 2 (O C H 2 C H 2) n O H

50 $m=3\sim20$, $n=4\sim12$

具体的には以下の以下の化合物がある。

【0018】化合物12

[{k.8]

CaF 17 CH 2 CH 2 (O CH 2 CH 2) 6 O H

【0019】化合物13

【化9】

C₈F₁₇CH₂CH₂(OCH₂CH₂)₇OH

【0020】本発明の水性インク組成物中の上記未置換 またはアルキル基またはアルコキシル基で置換されたナ フタレンスルホン酸塩からなるアニオン性界面活性剤と フッ素系界面活性剤との組み合わせによって, 一層優れ たインクの吐出安定性が得られる。

【0021】上記界面活性剤のインク中での含有量は、 それぞれ単独あるいは両方を併用する場合でも0.01 ~10質量%、より好ましくは0.1~5質量%が好ま しい。本発明において、顔料を被覆するのに用いる皮膜 形成性樹脂は、酸価が100以上180未満である。 尚,酸価とは、樹脂1gを中和するに必要な水酸化カリ ウム (KOH) のミリグラム (mg) 数を言い, mg・ KOH/gで表す(以下、単位は略記する)。

【0022】皮膜形成性樹脂の分子量範囲は、特に制限 はないが、重量平均分子量で、1万以上10万以下の分 子量範囲が好ましい。皮膜形成性樹脂の分子量が、1万 未満であると十分な皮膜形成がなされない場合が多く、 マイクロカプセル粒子同士の凝集等によりノズル目詰ま りを生じやすくなるために不適当である。特に皮膜形成 性樹脂で顔料を十分に被覆するには、樹脂の分子量が1 万以上10万以下が好ましい。また、分子量が10万以 上になると溶解性などに問題が生じる。

【0023】本発明の好ましい皮膜形成性樹脂は、スチ レン系樹脂または(メタ)アクリル系樹脂であり、例え ばスチレン、置換スチレン、 (メタ) アクリル酸エステ ルからなる群から選ばれる少なくとも一つのモノマー と. (メタ) アクリル酸との共重合体を塩基で少なくと も一部中和した自己水分散性樹脂が挙げられる。(メ タ) アクリル酸は、アクリル酸とメタアクリル酸の総称 であり、本発明では、いずれか--方が必須であればよい が、より好適な皮膜形成性樹脂は、アクリル酸およびメ タアクリル酸の両方に由来する構造を有しているもので

【0024】即ち、好ましい皮膜形成性樹脂としての自 己水分散性樹脂は、スチレン、置換スチレン、(メタ) アクリル酸エステルからなる群から選ばれる少なくとも 一つのモノマーを主成分とし、アクリル酸とメタアクリ ル酸との共重合体であって、メタアクリルがアクリル酸 より多く共重合された、塩基で少なくとも一部中和した 自己水分散性樹脂である。

【0025】さらに好ましい皮膜形成性樹脂としての自 己水分散性樹脂は、スチレンモノマーを主成分としアク 50

リル酸とメタアクリル酸との共重合体である。そのスチ レン/アクリル酸/メタアクリル酸のモノマー質量比率 が69~85%/5~15%/10~16%の範囲のも のが最も好ましい。

【0026】中和により酸価を有する樹脂を水性媒体に 分散可能にするには塩基を加えればよい。塩基として は、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化 リチウム等のアルカリ金属の水酸化物, アンモニア, ト リエチルアミン、モルホリン等の塩基性物質の他、トリ エタノールアミン、ジエタノールアミン、 Nーメチルジ エタノールアミン等のアルコールアミンが使用可能であ る。

【0027】しかしながら、より高酸価の樹脂をより強 い塩基を用いて中和を行なうと、インク中での皮膜形成 性樹脂の溶解度がより高まることから、塩基の強さや使 用量(中和率)を調節することが好ましい。インクジェ ット記録においては、ノズルの目詰まりや保存時の分散 安定性、印刷物の耐水性に悪影響が極めて少ないため、 弱塩基であるアルコールアミン、特にトリエタノールア ミンは最適な塩基である。

【0028】本発明においては、皮膜形成性樹脂の酸基 に対する中和率が、30モル%~100モル%相当が望 ましい。中和率を30モル%相当以下になるとカプセル 化するときの粒径が大きくなり、分散も不安定となる。 100モル%以上になると微粒子化されるが樹脂が溶解 し、インクそのものの品質が低下する。さらに望ましく は、中和率が40モル%~60モル%相当量である。特 に好ましいのは、アリコールアミン、特にエタノールア ミンを塩基として用いて、皮膜形成性樹脂の酸基に対す 30 る中和率が40~60モル%相当量となるようにする と、未置換またはアルキル基またはアルコキシル基で置 換されたナフタレンスルホン酸塩からなるアニオン性界 面活性剤及び/又はフッ素系の界面活性剤の併用によっ て著しく優れたインク吐出安定効果が得られる。

【0029】本発明の着色マイクロカプセル分散型水性 ジェットインクに用いられる顔料は、特に限定されるも のではなく、公知慣用のものがいずれも使用できるが、 例えばカーボンプラック、チタンブラック、チタンホワ イト、硫化亜鉛、ベンガラ等の無機顔料や、フタロシア 40 ニン顔料, モノアゾ系, ジスアゾ系等のアゾ顔料, フタ ロシアニン顔料、キナクリドン顔料等の有機顔料等が用 いられる。カラー画像を得る場合には、インクとして は、有彩色顔料を用いるのが好ましい。

【0030】かかる顔料の使用量は、本発明における効 果を達成すれば特に規定されないが、最終的に得られる インク中で、通常0.5~20質量%となるように調製 するが好ましい。また、インクには、必要に応じて乾燥 防止剤や浸透剤として知られている水溶性有機溶剤を用 いることができる。

【0031】乾燥防止剤は、インクジェットの噴射ノズ

Я

ルロでのインクの乾燥を防止する効果を与える特性であり、通常水の沸点以上の沸点を有するものが使用される。水溶性有機溶剤としては、従来知られている公知慣用のものがいずれも使用できるが、例えばエチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、グリセリン等の多価アルコール類等がある。

【0032】特にグリセリンは、マイクロカプセル粒子 表面の皮膜形成樹脂に強い水素結合により結びついてマ 10 イクロカプセル粒子の分散安定性をより高めると同時に、仮にインク中に皮膜形成樹脂が少量溶解していたとしてもそれに対しても強い水素結合で結びつくことによって、ノズル端面での乾燥を防止するという点でより好ましい。

【0033】乾燥防剤の添加量は、インクに対し、1~80質量%の範囲が好適である。

【0034】浸透剤は、記録媒体へのインクの侵透や記録媒体上でのドット径の調整を行うものである。浸透剤としては、例えばエタノール、イソプロピルアルコール 20等の低級アルコール、エチレングリコールへキシルエーテルやジエチレングリコールブチルエーテル等のアルキ*

*ルアルコールのエチレンオキシド付加物やプロピレング リコールプロピルエーテル等のアルキルアルコールのプ ロピレンオキシド付加物等がある。

【0035】特に炭素数2~4の低級アルコールのプロピレンオキシド1~3モル付加物は、前述の未置換またはアルキル基またはアルコキシル基で置換されたナフタレンスルホン酸塩からなるアニオン性界面活性剤とフッ素系界面活性剤との組み合わせによって、より一層優れた湿潤性とインクの吐出安定性が得られる。

10 【0036】具体的には以下の化合物がある。 化合物14 プロパノールのプロピレンオキシド1モル 付加体

【化10】

C₃H₇(OCH₂CH)OH | | CH₃

【0037】化合物15 ブタノールのプロピレンオキシド2モル付加体

【化11】

C₄H₅(OCH₂CH)₂OH | | CH₅

40

【0038】浸透剤の添加量は、インクに対し、0.1 ~10質量%の範囲が好適である。

【0039】本発明の着色マイクロカプセル分散型水性 ジェットインクを得る具体的な方法は、酸価を有する皮 膜形成樹脂を用いて顔料を被覆する場合には以下の方法 が好ましい。この方法によれば、水性媒体中に分散した 樹脂と顔料に由来する成分が、着色マイクロカプセルの みからなり、皮膜形成性樹脂で被覆されていないフリー の顔料粒子や、顔料を含まない皮膜形成性樹脂のみの粒 子や、溶解した皮膜形成性樹脂をいずれも全く含まない か、含んでいても極めて極少量であるインクを容易に得 ることが可能である。また、本発明の水性インク組成物 中のフッ素系界面活性剤と上記未置換またはアルキル基 またはアルコキシル基で置換されたナフタレンスルホン 酸塩からなるアニオン性界面活性剤との組み合わせによ って、一層優れたインクの吐出安定性が得られる。さら に、湿潤剤として水溶性有機溶剤を加えると一層インク の吐出安定性がます。

【0040】本発明の着色マイクロカプセル分散型水性 50

ジェトインクを得る方法は、例えば次の(1)~(5) をこの順に行なうことにより得られる。

(1) 混練工程:酸価を有する皮膜形成性樹脂に, 顔料を分散して固形着色コンパウンドを得る。

【0041】この工程は、例えば従来知られているロールやニーダーやビーズミル等の混練装置を用いて、溶液や加熱溶融された状態で、顔料を、当該樹脂に均一に溶解または分散させ、最終的に固体混練物(固形着色コンパウンド)として取り出すことにより行なうことが出来る。

【0042】特に当該樹脂への顔料の微分散が必要な場合には、顔料を分散する手段として、従来知られている分散方法のうち、相対的に高せん断力のかかる状態が形成される分散手段、具体的には2本ロールを用いて高せん断力下で分散を行うことが好ましい。

【0043】(2) 懸濁工程:少なくとも,水,皮膜形成性樹脂を溶解する有機溶剤,塩基,前記固形着色コンパウンドを混合し、分散によって少なくとも当該樹脂の

0 一部が溶解している顔料懸濁液を得る。

【0044】皮膜形成性樹脂を溶解する有機溶剤は当該

樹脂に対して良溶媒として機能するものであり、有機溶 剤としては、当該樹脂に対して適宜選択することが出 来、例えばアセトン、ジメチルケトン、メチルエチルケ トン等のケトン系溶剤、メタノール、エタノール、イソ プロピルアルコール等のアルコール系溶剤、クロロホル ム、塩化メチレン等の塩素系溶剤、ベンゼン、トルエン 等の芳香族系溶剤、酢酸エチルエステル等のエステル系 溶剤、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレ ングリコールジメチルエーテル等のグリコールエーテル 10 系溶剤、など当該樹脂を溶解させるものであれば使用可 能である。

【0045】本工程に用いられる分散媒は、主体は皮膜 形成性樹脂に対しては貧溶媒として機能する水であり、 インクジェット記録用水性インクとして用いるため、イ オン交換水以上の純度を有することが好ましい。

【0046】本工程では、水及び有機溶剤の混合液が均 一であることが好ましく,均一でない場合は,必要に応 じて、界面活性剤を用いるか、あるいは機械的にO/W 型に乳化させるか、助溶剤を併用して均一化させて用い 20 ることが好ましい。界面活性剤は用いたとしても、最小 限に止めることが望ましい。

【0047】分散媒を形成する、必要に応じて用いられ る当該樹脂を溶解する有機溶剤は、それのみを用いる様 にしてもよいが、それと水と塩基のみで、分散安定性に 優れた顔料懸濁液を得難い場合には,それに,当該樹脂 に対して親水性有機溶剤を,助溶剤として一部併用して より良い乳化安定性を持たせる様にしてもよい。尚、当 該樹脂を溶解する有機溶剤及び助溶剤は、いずれも1種 又は2種以上を併用してもよい。

【0048】皮膜形成性樹脂が、例えばスチレン、置換 スチレン、(メタ)アクリル酸エステルからなる群から 選ばれる少なくとも一つのモノマーと、(メタ)アクリ ル酸との共重合体の場合には、メチルエチルケトン等の ケトン系溶剤を主として、助溶剤としてイソプロピルア ルコール等のアルコール系溶剤から選ばれる少なくとも 1種類以上の組み合わせが良い。

【0049】かかる水と有機溶剤の比率は、本発明にお ける効果を達成すれば特に規定されないが、水/有機溶 剤の重量比が10/1~1/1となるような量が好まし い。この工程により、固形着色コンパウンドの表面に存 在する,酸価を有する皮膜形成性樹脂は,徐々に,塩基 により、その酸価の少なくとも一部又は全部が中和さ れ、当該コンパウンドの固体形状から、混合物は懸濁状 態となる。

【0050】懸濁液を得るための撹拌方法としては、公 知慣用の手法がいずれも採用でき、例えば従来の1軸の プロペラ型の撹拌翼の他に, 目的に応じた形状の撹拌翼 や撹拌容器を用いて、通常は、容易に懸濁可能である。

が働かない単なる混合撹拌では微粒子化しない場合や、 顔料が比較的凝集しやすい場合には、それに加えて更に 高せん断力を与えて微粒子の安定化を行っても良い。こ の場合の分散機としては、例えば高圧ホモジナイザー や、商品名マイクロフルイダイザーやナノマイザーで知 られるビーズレス分散装置等を用いるのが、顔料の再凝 集が少なく好ましい。

【0052】(3)再沈殿工程:顔料懸濁液中に溶解し ている皮膜形成性樹脂成分を, 顔料表面に沈着させてマ イクロカプセルを得る。

【0053】本工程は、前記懸濁工程で得られた顔料懸 濁液中の顔料表面に、 当該懸濁液中に存在する溶解樹脂 成分及び分散樹脂成分を沈着させる工程である。本工程 の「再沈殿」とは、顔料、或いは当該溶解樹脂や分散樹 脂が顔料表面に吸着した半カプセル状態の粒子を懸濁液 の液媒体から、分離沈降させることを意味するものでは ない。従って、この工程で得られるものは、固形成分と 液体成分とが明らか分離した単なる混合物ではなく、当 該溶解樹脂や分散樹脂が顔料表面に被覆したマイクロカ プセルが懸濁液の液媒体に安定的に分散した着色樹脂粒 子(着色マイクロカプセル)水性分散液である。

【0054】この懸濁工程の顔料懸濁液中のマイクロカ プセル表面へ樹脂の沈着は、例えば、 ①少なくとも一 部、当該皮膜形成性樹脂が溶解及び/又は分散している 顔料懸濁液に、当該樹脂に対して貧溶媒として機能する 水または水性媒体を加えて行なうか、及び/又は、②顔 料懸濁液から有機溶剤を除去して行なうことによって容 易に行なうことが出来る。

【0055】しかしながら、顔料懸濁液に、当該樹脂に 30 対して貧溶媒として機能する水または水性媒体をさらに 加えて行う方法が、凝集物も少なく好ましい。再沈殿は 懸濁液を緩く撹拌しながら水または水性媒体を滴下する ことによって、凝集物の発生を防止しながら顔料表面に 樹脂を確実に沈着(再沈殿)させることが可能となる。

【0056】この様にして、上記(1)混練工程(2) 懸濁工程 (3)再沈殿工程によって,所望の粒子径の着 色樹脂粒子が得られるが、通常その平均粒子径範囲は、 0. 01~1 μ m である。

【0057】(4)脱溶剤工程:再沈殿工程で得られた マイクロカプセル分散液からの低沸点有機溶剤の除去及 び/または濃縮

再沈殿工程で得られた着色樹脂粒子水分散液はそのまま 用いることもできるが、共存している有機溶剤の影響で 着色樹脂粒子が膨潤状態にある場合が多いため、保存安 定性をより向上させるためや、或いはより火災や公害に 対する安全性を高めるために、更に脱溶剤を行うことが 好ましい。

【0058】こうして得られた分散液は、通常、顔料が 皮膜形成性樹脂で被覆された着色マイクロカプセルと、 【0051】懸濁液を得るに当たって、大きなせん断力 50 分散媒のみから実質的になる。分散液中の着色マイクロ

カプセルの含有率は、それと分散媒の合計に対して、通 常,10~40質量%とする。

【0059】(5)インク工程

前記工程によって得られる、水以外の液媒体を全く含ま ないか、或いはほとんど含まない、サブミクロンオーダ 一の着色樹脂粒子水分散液は、そのままでも基本的にイ ンクジェット記録用水性インクとして用いることが出来 るが、更に、分散安定性、噴射特性を考慮してインクの 調整を行うことが好ましい。また、粗大粒子によるノズ ル目詰まり等を回避するために、通常は、(4)の脱溶 10 剤工程後に遠心分離やフィルターろ過により粗大粒子を 除去するか、(5)のインク工程でインク調整後に所望 の粒径のフィルターで濾過する。

【0060】インクの調整は、例えば、前記乾燥防止剤 や浸透剤の添加、濃度調整・粘度調整の他、 p H調整 剤,本発明以外の界面活性剤,防腐剤,キレート剤,可 塑剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤等を必要に応じて添加 することができる。

【0061】また、被記録媒体がガラス・金属・フィル ムの様な不浸透性以外のもの(浸透性被記録媒体)の場 20 m=3~20、n=4~12 合には,噴射安定性に影響を及ぼさない程度に,皮膜形 成性樹脂とは異なる、他の水溶性樹脂や水分散性樹脂を 添加することもできる。

【0062】上記、本発明の乾燥防止剤や浸透剤などを 含む水溶性有機溶剤及び界面活性剤及びその他の添加剤 類は,前述各工程のうち,最も高い効果を示す工程中で の添加時期を選択すればよい。本発明の着色マイクロカ プセル分散型水性ジェットインクは、例えばピエゾ方式 やサーマル方式やオンデマンド方式等の公知慣用のイン クジェット記録方式のプリンターにおいて極めて安定し たインク吐出を可能にする。

[0063]

【発明の実施の形態】本発明は次の実施形態を含む。

【0064】1.水、水溶性有機溶剤、及び少なくとも 一部が塩基で中和された酸価を有する皮膜形成性樹脂で 被覆された顔料とから成り、該皮膜形成性樹脂の酸価が 100以上180未満で、30~100モル%相当量の 塩基量を含み、かつ未置換またはアルキル基またはアル コキシル基で置換されたナフタレンスルホン酸塩からな るアニオン性界面活性剤及び/又はフッ素系の界面活性 40 剤を含有することを特徴とする着色マイクロカプセル分 散型水性ジェットインク。

【0065】2. 水、水溶性有機溶剤、及び少なくとも 一部がアルコールアミンで中和された酸価を有する被膜 形成性樹脂で被覆された顔料とから成り、該皮膜形成樹 脂の酸価が100以上180未満で、40~60モル% 相当量のアルコールアミンを含み、未置換またはアルキ ル基またはアルコキシル基で置換されたナフタレンスル ホン酸塩からなるアニオン性界面剤及び/又はフッ素系

カプセル分散型水性ジェットインク。

【0066】3. アニオン性界面活性剤が炭素数が2~ 6のアルキル基またはアルコキシル基により1~2置換 したナフタレンスルホン酸塩であることを特徴とする1 及び2記載の着色マイクロカプセル分散型水性ジェット インク。

【0067】4.フッ素系界面活性剤が以下の一般式 (A) 及び/又は(B) を有する化合物であることを特 徴とする1.2及び3記載の着色マイクロカプセル分散 型水性ジェットインク。

【0068】フッ素系界面活性剤:一般式(A)

【化12】

CaHzasi.

CaFzn+1SOzNCHzCHzO(CHzCHzO),H

 $m=1\sim6$, $n=4\sim12$, $r=1\sim20$

【0069】フッ素系界面活性剤:一般式(B) 【化13】

CafzaticheCHz (OCHzCHz) aOH

5. 水溶性有機溶剤として、炭素数2~4の低級アルコ ールのプロピレンオキシド1~3モル付加体を含有する ことを特徴とする1,2,3及び4記載の着色マイクロ カプセル分散型水性ジェットインク。

【0070】本発明の好適な実施の形態を、インクジェ ット記録用インクに適用した場合を例にして説明する と、以下の通りである。

【0071】(1) カルボキシル基に基づく酸価100 以上180未満を有する、重量平均分子量1~10万の 皮膜形成性スチレンー(メタ)アクリル酸共重合体樹脂 に, 顔料を二本ロールを用いて分散して, 固形着色コン パウンドを得る。

【0072】(2)水,前記樹脂を溶解する低沸点の有 機溶剤にメチルエチルケトンを主として、前記水とメチ ルエチルケトンに対して助溶剤として機能する低沸点の 水溶性有機溶剤としてイソプロピルアルコールを併用し て,塩基として前記皮膜形成性樹脂の酸基の30から1 00モル%相当量の中和率となる, 前記皮膜形成性樹脂 を自己水分散性とするに足る量のアルコールアミン、乾 燥防止剤としてグリセリンを各々含む、水を主液媒体と する溶液を調製し、それに、前記(1)の固形着色コン パウンドのチップを混合し,撹拌によって顔料懸濁液を 得る。より好適には懸濁液を、高せん断力を与えること が出来、より充分な懸濁状態が得られる分散機であるナ ノマイザー(商標)を用いて,再凝集が無い様に,さら に微粒子化を行う。

【0073】(3)顔料懸濁液を撹拌しながら、乾燥防 止剤であるグリセリンを含む水溶液を滴下し、顔料と皮 膜形成性樹脂に由来する成分が、実質的に平均粒子径

の界面活性剤を含有することを特徴とする着色マイクロ 50 O. O1以上1μm未満の着色樹脂粒子(着色マイクロ

カプセル)のみからなる水性分散液を得る。

【0074】(4)得られた着色樹脂粒子水性分散液か ら、メチルエチルケトンとイソプロピルアルコールを留 去し、インクベースとする。

【0075】(5)インクベースに、本発明の未置換ま たはアルキル基またはアルコキシル基で置換されたナフ タレンスルホン酸塩からなるアニオン性界面活性剤及び /又はフッ素系の界面活性剤を加え加熱・減圧を行って 濃縮する。界面活性剤の使用量は、インクのなかで0. 01~10質量%、望ましくは、0.1~5質量%の範 10 囲である。

【0076】(6)得られた濃縮ベースを水や水溶性有 機溶剤やその他の薬剤と共に攪拌し、濃度・物性を調整 する。さらに、ろ過を行いインクジェット記録用水性イ ンクとする。浸透剤や、乾燥防止剤などが含まれる水溶 性有機溶剤には、浸透剤の一つとして、炭素数2~4の 低級アルコールのプロピレンオキシド1~3モル付加体 を用いることいが望ましく、使用する量はインクのなか で0.1~10質量%の範囲が望ましい。乾燥防止剤と しては、グリセリンなどが好ましく、その添加量は、最 20 終的には、インクに対し1~80質量%の範囲が望まし い。

[0077]

【実施例】次に実施例及び比較例を挙げて本発明を更に 具体的に説明する。尚、以下の実施例中における「部」 は『質量部』を表わす。

【0078】 (実施例1) キナクリドン顔料4. 3部と スチレン-アクリル酸-メタアクリル酸樹脂 (スチレン /アクリル酸/メタアクリル酸=77/10/13;分 子量5万・酸価160)4.3部の二本ロール混練物 8. 6部を, 水29. 5部, グリセリン2. 6部, トリ エタノールアミン0. 9部(樹脂の酸価の48モル%中 和率相当量),メチルエチルケトン9.6部,イソプロ ピルアルコール4. 3部の混合溶液に入れ、室温で3時 間撹拌し、更に分散機ナノマイザー(ナノマイザー社 製)を用いて圧力98MPaで分散処理を行い、顔料懸 濁液を得た。

【0079】得られた懸濁液55.5部に、撹拌しなが ら,グリセリン3.6部と水40.9部の混合液を毎分 5 m l の速度で滴下し、マゼンタ色着色樹脂粒子水分散 40 液を得た。得られたカプセル液をロータリーエバポレー ターを用いてメチルエチルケトンとイソプロピルアルコ ール及び水の一部を留去し、最終のマゼンタ色着色樹脂 粒子水分散液(顔料濃度13質量%)を得た。

【0080】この水分散物32部にアルキルナフタレン スルホン酸塩:化合物3を0.2部,フッ素系の界面活 性剤:化合物9を0.2部加え,70℃30hPaで濃 縮を行い濃縮ベース(顔料濃度15質量%) 27部を得 た。

0部、アルキルナフタレンスルホン酸塩:化合物3を 1.5部、プロパノールのプロピレンオキシド付加体:

化合物14を5部,水を46.5部加え,撹拌した後, 0. 5 μmフィルターを用いてろ過を行い、インクジェ ット記録用水性インクとした。

【0082】得られた水性インク中のマイクロカプセル は、0. 15 μmの平均粒子径を有しており、その p H は8.0あった。

【0083】このインクは、室温で1年間の保管後も凝 集物もなく安定な分散を示し、ノズル目詰まりも無かっ た。サーマル方式インクジェットプリンター(ノバジェ ットプロ)を用いた印字は安定しており、得られた印刷 物は滲みもなく鮮やかなマゼンタ色を示し,しかも印刷 直後の記録紙を精製水に24時間浸漬した後の印刷濃度 は印刷直後の濃度と全く変化がなかった。

【0084】 (実施例2) 実施例1の化合物9の代わり に化合物12及び13の混合物を用いてインクジェット 記録用水性インクを製造した。

【0085】得られた水性インク中のマイクロカプセル は、0.15 μmの平均粒子径を有しており、その p H は8.0あった。

【0086】このインクは、室温で1年間の保管後も凝 集物も無く安定な分散を示し、ノズル目詰まりも無かっ た。サーマル式インクジェットプリンター(ノバジェッ トプロ)を用いた印字は安定しており、得られた印刷物 は、滲みもなく、鮮やかなマゼンタ色を示し、しかも印 刷直後の記録紙を精製水に24時間浸漬した後の印刷濃 度は、印刷直後の濃度と全く変化が無かった。

【0087】 (比較例1) 実施例1の最終のマゼンタ色 30 着色樹脂粒子水分散液 (顔料濃度13質量%) にグリセ リン20部,エタノール5部を加え,インク中の着色マ イクロカプセルの顔料換算が実施例1と同じになるよう に水で調整・撹拌した後, 0.5 μπフィルターを用い てろ過を行い、インクジェット記録用水性インクとし た。

【0088】得られた水性インク中のマイクロカプセル は0.15μmの平均粒子径を有しており、そのpHは 8. 4であった。このインクは、室温で1年間の保管後 に僅かに凝集物を生じノズル目詰まりを起こしやすく, サーマル式インクジェットプリンター(ノバジェットプ ロ)を用いた印字は、不安定で短時間でかすれを生じ

【0089】実施例1及び実施例2は、比較例に比べ、 分散安定性が良く、ノズル目詰まりが無く、インクの吐 出安定性が極めて良好であった。印字も鮮明になされ

[0090]

【発明の効果】本発明は、水、水溶性有機溶剤,及び少 なくとも一部が塩基で中和された酸価を有する皮膜形成 【0081】得られた濃縮ベース27部にグリセリン2 50 性樹脂で被覆された顔料とから成り、該被膜形成性樹脂

15

の酸価が100以上180未満で、その30~100モル%相当量の塩基量を含み、かつ未置換またはアルキル基またはアルコキシル基で置換されたナフタレンスルホン酸塩からなるアニオン性界面活性剤及び/又はフッ素

系の界面活性剤を含有するマイクロカプセル分散型水性 ジェットインクである。本発明のインクは、分散安定性 に優れ、ノズル目詰まりもなく、かつインクの吐出安定 性に優れるという格別顕著な技術的効果を奏する。

フロントページの続き

(72)発明者 野川 京子埼玉県幸手市北1-1-7

Fターム(参考) 2C056 FC02

2H086 BA52 BA53 BA55 BA59 BA60 - 4J039 AD03 AD09 BC54 BE01 BE22 CA06 CA11 GA24

ĭ

z

练

受 文 者: 志剛 先生》 精工爱普生股份有限公司(代理人: 林

地 址 **楼** 登北市中山區南京東路二段一二五號七

發文字號:〈九三〉智專二(一)04091字 發文日期: 中華民國九十三年六月十七 第〇九三二〇五四四五九〇號 日

> 文信日 TIPLO 發 本 信 日 3 DOUG **2004** 年6 쇽 6月 月

申請案號數:〇九二一一 セ 九 六五

發明名稱: 造方法、裝置及其製造方法 組成 物 成膜方法與成 膜 次裝置 ` 電子機器 電光學裝置及其製造方法、有機電致發光裝置及其製

專利分類IPC(7)···H05B 33/14

申請人:

名稱: 精工愛普生股份有限公司

地 址 : 日 本

四 專利 代理人

姓名: 林志 剛 先生

地 址 : 臺 北 市 中 山 一南 京東路二 段 二五號

七

樓

五 申請日期: 九十二年七月一 日

六 優先權 項 目

18 1) Ð

第一頁

の問題を認い言う

1 2002/07/01 日本2002-192195

七、審查人員姓名:王榮華 委

、審定內容:

主文:本案應不予專利

依據:專利法第二十條第二項

理由:

本案「組 之方式形成膜圖型的成膜裝置 其能抑制氣泡之發生的液狀體組成物、以及使用此液狀體組成物即能以生產效率良好 及其製造 方法、裝置及其製造方法、電子機器」初審案,係關於一 成物 、成膜方法與成膜裝置、電光學裝置及其製造方法、有機電致發光裝置 種關成膜組 成物

本案主要之技術特徵係生成含有有機能材料、溶劑、以及界面活性(surfactant)劑 狀體組成物而成的液滴對基板噴出的液滴噴出裝置。惟具體相似成份及HBL值之組成 的 見於二〇〇〇年五月二十三日公告之美國專利第六〇六六三五七號(如附件二) 之形成圖案 (patterning) 液狀 墨水組成物 ,已揭示於二〇〇〇年十一月二十八日公告之日本專利第2000-327968(如附件一 體組 成 物之液狀體 ,所不同者,僅在於引證案未明示將該組成物應用於有機電致發光裝置 組成物生成裝置與將在液狀體組成物生成裝置所生成之由液 ,然而應用INK-JET於patterning有機電致發光裝置,已

第二頁

c:\A9300200.037

<u> 1</u>

案實屬熟悉EL製造技藝人士可結合引證案之技術特徵, 而可輕易完成者,其功效亦囿

於可預期者,本案不具進步性

(E) 本案係應用申請前既有技術,而為熟悉EL製造技藝人士可藉參考引證案之特徵而 輕易

推 演完成

據 上論結 ,本案不符法定專利要件,爰依專利法第二十條第二項,審定如主文。





依照分層負責規定授權單位主管決行

整 如 不 (專 服本審定 利說 明書及圖式合計在五十頁以上者, 得 於 文到 之次日 起三十日內 每五十頁加收新台幣五百元,其不足五十頁者以 備具再審查理 由書一式二份及規費新台幣陸仟元

五 十頁計), 向本局申請再審查。

1/3



Attorneys-at-Law

母社整理番号:F008434TW01

当所整理番号:749378 台湾出願番号:92117965 現 在 段 階:初審

文 書 種 類:初審拒絶査定

引 例:有

訳文

主文:

本件の出願は特許を受ける事が出来ない。

依拠:

専利法第20条第2項。

理由:

- (一)本願の「組成物、成膜方法及び成膜装置、電気光学装置及びその製造方法、 有機エレクトロルミネッセンス装置及びその製造方法、デバイス及びその 製造方法、電子機器」に関する初審の出願は、成膜組成物に関するもので、 気泡の発生が抑える液状体組成物、並びに、この液状体組成物を用いて生 産性良く膜パターンを形成できる成膜装置である。
- (二)本願の主な技術特徴は、有機機能材料、溶剤、及び界面活性(surfactant)を含む液状体組成物を生成する液状体組成物生成装置、及び液状体組成物生成装置で生成した液状体組成物からなる液滴を基板に吐出する液滴吐出装置である。しかし、具体的な類似している成分及びHLB値の組成物は、既に2000年11月28日に公告された日本特許第2000-327968(別紙1に参照)のインク組成物に開示されており、その相異とする点は、引例には、その組成物を有機エレクトロルミネッセンス装置パターン形成に応用されることを明白に記載していない点にある。しかし、INK-JETを有機エレクトロルミネッセンス装置のpatterningに応用することは、既に、2000年5月23日に公告されたアメリカ特許第6066357号(別紙2)に見られ、本願はELの製造に堪能な当業者に対して引例の技術特徴を結合し、容易に完成できものであり、その効果も予測できる範囲のもので、本願は進歩性を有しない。
- (三)本願は、LL製造技術に堪能な当業者にとって出願前の既知の技術を応用し、 引例の特徴を参考することで容易に推論、完成できるものである。

以上の論議に基づき、本願は法定の特許要件に合わず、専利法第20条第2項の規定により主文の如く審定する。

もし査定に不服があれば、当通知の到着した翌日から30日以内に、再審査理由書を1式2部及び政府料金6000元を準備し(明細書及び図面が合計5

2/3

TIPE

Attorneys-at-Law

齿社整理番号: F008434Tw01

当所整理番号:749378 台湾出願番号:92117965

現在段階:初新

引 例:有

0ページ以上のものは、50ページを増やす毎に500元を追加する、尚50ページ未満のものであれば、50ページと計算する)、本局へ再審査を請求することができる。

当所意見